

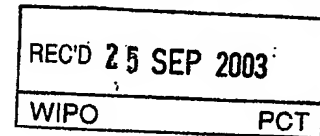
0 / 522138

PCT/EP 03 / 07 838

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

24 JAN 2005

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 33 710.1

Anmeldetag: 24. Juli 2002

Anmelder/Inhaber: Endress + Hauser Conducta Gesellschaft
für Mess- und Regeltechnik mbH + Co KG,
Gerlingen/DE

Bezeichnung: Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines
festen, flüssigen oder gasförmigen Mediums

IPC: G 01 J und G 01 N

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ur-
sprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 7. August 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Klostermeyer

A 9161
03/00
EDV-L

BEST AVAILABLE COPY

REC'D 25 SEP 2003

WIPO 69-DE PCT

1

Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines festen, flüssigen oder gasförmigen Mediums

5

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines festen, flüssigen oder gasförmigen Mediums mittels einer optischen Sonde. Die Sonde kann eine ATR-, eine Transmissions- oder eine Reflexionsanordnung aufweisen.

10

In der ATR (Attenuated Total Reflectance)-Spektroskopie wird der Effekt ausgenutzt, daß ein Lichtstrahl an der Grenzfläche zwischen einem optisch dichteren Medium mit dem Brechungsindex n_1 und einem optisch dünneren Medium mit dem Brechungsindex n_2 - also wenn gilt: $n_1 > n_2$ - total reflektiert wird, wenn der Einfallswinkel des Lichtstrahls den Grenzwinkel für die Totalreflexion überschreitet. Der Sinus dieses Grenzwinkels entspricht dem Quotienten n_2 / n_1 . Bei der Totalreflexion tritt das Phänomen auf, daß der Lichtstrahl an der Auftreffstelle A in das dünnere Medium austritt, dann bis zu einer Stelle B als Oberflächenwelle an dem dichteren Medium vorbeiläuft und anschließend wieder in das optisch dichtere Medium zurückkehrt. Erfolgt keine Absorption in dem optisch dünneren Medium, so wird der Lichtstrahl ungeschwächt total reflektiert. Absorbiert das optisch dünnere Medium jedoch die eindringende Strahlung, so tritt eine Schwächung des total-reflektierten Lichtstrahls auf. Diese Schwächung ist abhängig von der Wellenlänge und kann zur sog. Inneren Reflexionsspektroskopie herangezogen werden: Bestimmt man das Transmissions- oder Extinktionsspektrum der total-reflektierten Strahlung, so erhält man Aufschluß über die Zusammensetzung des optisch dünneren Mediums. Bei dem optisch dünneren Medium kann es sich beispielsweise um eine IR-absorbierende, pulverförmige Substanz oder um ein flüssiges Medium handeln, mit dem die ATR-Sonde in direktem Kontakt steht.

15

20

25

30

35

ATR-Sonden werden heute bevorzugt in der IR-Spektroskopie oder im UV-VIS-Bereich eingesetzt. Wesentliches Element einer ATR-Sonde ist ein Reflexionselement, das aus einem im IR-Bereich transparenten Material mit

einem hohen Brechungsindex besteht. Die bekannten Sonden sind derart ausgestaltet, daß innerhalb des Reflexionselements Vielfach-Reflexionen auftreten.

- 5 In der US-PS 5,459,316 ist eine ATR-Sonde für den IR-Bereich beschrieben, die in pulverförmigen oder flüssigen Medien eingesetzt werden kann. Licht wird von einer Lichtquelle über ein Meßrohr zu dem ATR-Kristall hin bzw. von dem ATR-Kristall weggeführt. Die dem Medium zugewandte Seitenfläche des ATR-Kristalls und die vom Medium abgewandte Seitenfläche des ATR-
- 10 Kristalls sind – im Querschnitt gesehen – keilförmig ausgestaltet. Bevorzugt sind die in dieser Patentschrift offenbarten Ausgestaltungen des ATR-Kristalls rotationssymmetrisch bezüglich ihrer Längsachse. Die Herstellung eines derartigen ATR-Kristalls bzw. eines derartigen ATR-Reflexionselements ist aufwendig. Er bietet keinen ausreichenden Schutz gegen Störgrößen im
- 15 Prozeß und kann so leicht beschädigt werden. Darüber hinaus ist der Lichtdurchsatz durch das bekannte ATR-Reflexionselement unzureichend.

- Aus der Transmissionsspektroskopie sind weiterhin Sonden bekannt geworden, bei denen die Meßstrecke durch den Abstand zweier optischer
- 20 Fenster definiert wird. Dieses führt zu einem Sondenkörper mit relativ vielen Bauteilen (Fenster, Spiegel, Halterungen). Analog zu dem Reflexionselement einer ATR-Sonde ist eine Transmissionsanordnung bekannt geworden, bei der das Reflexionselement einen Schlitz aufweist. Durch die Breite des Schlitzes ist der Meßspalt definiert. Wie bereits erwähnt, können alle
- 25 bekannten Arten von Reflexionselementen in Verbindung mit der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden.

- Auf der Seite des Strahlungsempfängers sind in der Gasmeßtechnik darüber hinaus Systeme bekannt geworden, bei denen das reflektierte und wellen-
- 30 längenabhängig geschwächte Licht über ein speziell auf den jeweiligen Anwendungsfall abgestimmtes Linear-Variables Filter auf einen Pixelzeilendetektor gelangt. Eine entsprechende Anordnung ist in der US-PS 5920069 beschrieben. Anschließend werden die in jedem Detektorelement des Pixelzeilendetektors gemessenen Intensitätswerte zwecks Erstellung des
- 35 Spektrums der Meßprobe ausgewertet.

Als Nachteil dieser Ausgestaltung, bei der die Meßwerterfassung parallel abläuft, ist einmal die hohe Anzahl der Pixeldetektoren zu nennen. Weiterhin wird in jedem der Pixeldetektoren nur ein Bruchteil der Gesamtintensität gemessen, wobei dieser Bruchteil um so kleiner ist, je größer die Anzahl der Pixeldetektoren ist. Infolge eines ungünstigen Signal-/Rauschverhältnisses erhält man hierdurch eine relativ schlechte Signalauflösung. Nachteilig bei der bekannten Ausgestaltung ist darüber hinaus, daß speziell ausgestaltete, auf den jeweiligen Anwendungsfall abgestimmte Pixelzeilendetektoren hohe Herstellungskosten verursachen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine kostengünstige Vorrichtung zur spektrometrischen Analyse eines Meßmediums vorzuschlagen.

Die Aufgabe wird durch eine Vorrichtung gelöst, die eine Prozeßsonde mit einem Reflexionselement, ein Linear-Variables Filter, zumindest ein Detektorelement und eine Regel-/Auswerteeinheit aufweist. Zu der erfindungsgemäßen Vorrichtung gehören desweiteren zumindest eine Lichtquelle, deren Licht über eine Kollimieroptik in das Reflexionselement eingekoppelt wird, und zumindest ein Lichtwellenleiter mit einem Lichteingangsabschnitt und einem Lichtausgangsabschnitt. Das Licht wird über den Lichtausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters in definierte Bereiche des Linear-Variablen Filters geleitet; das Detektorelement und das Linear-Variable Filter sind über näherungsweise die Länge des Linear-Variablen Filters relativ zueinander bewegbar angeordnet sind. Die Regel-/Auswerteeinheit bestimmt anhand der von dem Detektorelement gelieferten Meßwerte das Spektrum des Mediums. Insbesondere wird das Licht mittels einer Fokussieroptik über den Lichteingangsabschnitt des Lichtwellenleiters aus dem Reflexionselement ausgekoppelt. Der Lichtwellenleiter führt das im Reflexionselement abgeschwächte Licht über das Linear-Variable Filter zum wellenlängen-selektiven Nachweis. Das Detektorelement und der Lichtausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters stehen sich gegenseitig gegenüber und sind beide über näherungsweise die Länge des Linear-Variablen Filters relativ zu diesem bewegbar angeordnet, wobei sich das Linear-Variable Filter zwischen dem Detektorelement und dem Lichtausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters befindet.

Durch die erfindungsgemäße Kombination der zuvor beschriebenen Einzelteile läßt sich das Spektrometermodul sehr kompakt und kostengünstig ausgestalten. Bei dem Lichtwellenleiter handelt es sich um einen Hohlleiter oder um eine im IR-Bereich transparente Lichtleitfaser. Beispielsweise ist die Faser aus Silberhalogenid gefertigt. Eine Faser aus diesem polykristallinen Material zeichnet sich dadurch aus, daß sie sehr biegsam, vibrationsstabil und geeignet für hohe Temperaturen ist. Es versteht sich von selbst, daß der Lichtwellenleiter je nach Anwendungsfall auch als Faserbündel ausgebildet sein kann.

10

Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung steuert die Regel-/Auswerteeinheit die Relativbewegung zwischen dem Detektorelement und dem Linear-Variablen Filter schrittweise. Selbstverständlich können das Detektorelement, der Ausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters und das Linear-Variables Filter auch kontinuierlich aneinander vorbeibewegt werden.

15

Eine Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung sieht vor, daß das Detektorelement fest montiert ist und daß die Regel-/Auswerteeinheit das Linear-Variable Filter schrittweise oder kontinuierlich an dem Detektorelement vorbeibewegt. Alternativ wird vorgeschlagen, daß das Linear-Variable Filter fest montiert ist und daß die Regel-/Auswerteeinheit schrittweise oder kontinuierlich das Detektorelement an dem Linear-Variablen Filter vorbeibewegt.

20

25

In beiden Varianten ist gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung eine gabelförmige Haltevorrichtung vorgesehen, in der das Detektorelement und der Ausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters montiert sind. Zwecks der vorgeschlagenen Relativbewegung ist entweder die Haltevorrichtung bzw. das Detektorelement oder das Linear-Variable Filter auf einer Führungsschiene angeordnet. Insbesondere wird es im Zusammenhang mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung als vorteilhaft angesehen, das Linear-Variable Filter oder das Detektorelement bzw. die Haltevorrichtung für das Detektorelement schrittweise oder kontinuierlich über einen Schrittmotor zu bewegen.

30

35

Eine vorteilhafte Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung schlägt vor, daß es sich bei dem Lichtwellenleiter, der das Meßlicht von dem Reflexionselement zu dem Linear-Variablen Filter leitet, um einen Querschnittswandler handelt. So kann beispielsweise durch eine lineare Reihe von einzelnen Lichtwellenleitern im Ausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters eine Erhöhung des Lichtdurchsatzes durch das Linear-Variable Filter erreicht werden.

Darüber hinaus sieht eine Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung einen zweiten Eingangsabschnitt des Lichtwellenleiters vor, über den das Licht von der Lichtquelle durch ein teilverspiegeltes Reflexionselement als interner Referenzstrahl eingekoppelt wird. Insbesondere ist eine alternierende Lichtquelle mit ein oder zwei Strahlern vorgesehen, über die mit Hilfe des Detektors die sequenzielle Messung des Meß- und Referenzlichtes ermöglicht wird. Zu diesem Zweck ist der Lichtwellenleiter als Faserweiche mit zwei Eingangsabschnitten und einem Ausgangsabschnitt ausgebildet. Selbstverständlich kann das Licht auch über ein anderweitiges optisches System auf das Linear-Variable Filter und nachfolgend das Detektorelement geführt werden.

Bevorzugt handelt es sich bei dem Detektorelement um einen Elementdetektor, eventuell auch um einen Pixelzeilendetektor. Günstig ist der Einsatz von pyroelektrischen Detektoren, da diese keine zusätzliche Kühlung erforderlich machen.

Gemäß einer günstigen Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung besteht das Reflexionselement aus einem hochreinen Halbleitermaterial. Bevorzugt sind hier Silizium oder Germanium zu nennen, die beide im IR-Bereich transparent sind. Erfindungsgemäß läßt sich das Reflexionselement sehr kostengünstig aus einem Wafer aus hochreinem Halbleitermaterial fertigen. Hierzu werden aus einem Wafer zylinderförmige Scheiben herausgebohrt. Eine zylinderförmige Scheibe hat beispielsweise eine Dicke von 5 mm. An die zylinderförmigen Scheiben werden beidseitig Facetten geschliffen, so daß das Reflexionselement die Form eines Daches aufweist. Das Reflexionselement im Sondenrohr wird anschließend in z. B. eine Wechselarmatur bzw. in einen Prozeßanschluß für die Prozeßsonde

eingepaßt, so daß das Meßmedium beim Ausbau der Sonde nicht aus dem Prozeß entweichen kann. Bekannte und im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung verwendbare Wechselarmaturen werden übrigens von der Anmelderin unter der Bezeichnung 'CLEANFIT' angeboten und vertrieben (siehe auch DE 19948990 A1).

Es versteht sich von selbst, daß der Wafer bzw. das Reflexionselement im Prinzip aus jedem beliebigen im IR-Bereich durchlässigen Material gefertigt sein kann.

Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen ATR-Sonde bzw. des erfindungsgemäßen Reflexionselements ist zumindest der Bereich des Reflexionselements, der mit dem Meßmedium in Kontakt kommt, mit einer dünnen Diamantschicht versehen. Bevorzugt handelt es sich bei der Diamantschicht um eine monokristalline Beschichtung. Diese Diamantschicht macht das Reflexionselement selbst gegen aggressive und korrosive Medien inert. Bei geeigneter Wahl des internen Reflexionswinkels vom Grundkörper (der z.B. aus einem Halbleitermaterial besteht) läßt sich durch das Aufbringen der Diamantschicht ein interner Reflexionswinkel einstellen, wobei der ATR-Effekt ausgenützt werden kann. Eine spezielle Geometrie des Reflexionselements erlaubt eine in hohem Maße kompakte Ausgestaltung, in dem durch eine Zwischenreflexion an der Ein-/Auskoppelfläche zwei produktberührende Reflexionen in dem beschichteten Reflexionselement auftreten.

Um systematische Meßfehler auszuschließen, wird neben der spektrometrischen Untersuchung des Meßstrahls parallel eine Untersuchung eines Referenzstrahls durchgeführt. Der Referenzstrahl nimmt einen analogen Weg durch die ATR-Sonde wie der Meßstrahl, allerdings wird hierbei durch entsprechende Beschichtungen der Auftreffstellen im Reflexionselement sichergestellt, daß kein Referenzlicht in das optisch dünnere Medium, sprich in das eigentliche Meßmedium, austreten kann. Erreicht wird die Totalreflexion ohne den Abschwächungseffekt beispielsweise durch das partielle Aufbringen einer metallischen Schicht. Bevorzugt werden daher die Auftreffstellen des Referenzlichts auf der dem Meßmedium zugewandten Seitenfläche des Reflexionselements mit einer Metallschicht bedampft.

Um Intensitätsverluste des Meßlichts bzw. des Referenzlichts möglichst bei der Ein-/ und Auskopplung des Lichtes im Reflexionselement weitgehend zu vermeiden, trägt die dem Meßmedium abgewandte Fläche des Reflexionselements bevorzugt eine Anti-Reflexschicht.

5

Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist das Reflexionselement derart dimensioniert und ausgestaltet, daß das Meßlicht bzw. das Referenzlicht bis zu sieben Reflexionen in dem Reflexionselement erfährt. Die tatsächliche Anzahl Reflexionen läßt sich bei dieser Ausführungsform durch die Länge des Reflexionselements festlegen. Hierdurch werden insbesondere schwache Absorptionsbanden vom Meßmedium besser erfaßt, als dies bei einer niedrigeren Anzahl von Reflexionen möglich ist. Die Wellenlänge des Meßlichts bzw. des Referenzlichts liegt übrigens vorzugsweise im Wellenlängenbereich von 5 – 14 μm .

10

15

Die erfindungsgemäßen Ausführungsformen des Reflexionselements haben den entscheidenden Vorteil, daß der einfallende Strahl und der ausfallende Strahl von Meßlicht, aber auch vom Referenzlicht, zueinander parallele Strahlengänge aufweisen. Bei entsprechender gleichartiger Dimensionierung der unterschiedlichen Reflexionselemente (ATR und Transmission) auf der Ein- / und Auskoppelseite kann die Sonde schon durch Austausch des Reflexionselements an die jeweilige Meßaufgabe angepaßt werden.

20

25

Selbstverständlich ist es möglich, die zumindest eine Lichtquelle in unmittelbarer Nähe des Reflexionselements zu platzieren und somit keine Lichtwellenleiter auf der Einkoppelseite zu verwenden. Bevorzugt handelt es sich bei der Lichtquelle übrigens um eine elektronisch gepulste Lichtquelle ohne bewegliche Bauteile. Verwendet werden kann natürlich auch ein mechanischer Chopper.

30

Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden Zeichnungen näher erläutert. Es zeigt:

35

Fig. 1: eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung,

Fig. 2a: eine schematische Darstellung eines Querschnittswandlers mit Faserweiche,

5 Fig. 2b: eine Draufsicht auf den in Fig. 2a dargestellten Ein- und Ausgangsabschnitten des Querschnittswandlers,

Fig. 3a: eine Draufsicht auf eine erste Ausführungsform des erfindungsgemäßen ATR-Reflexionselements,

10

Fig. 3b: einen Querschnitt durch die in Fig. 3a gezeigte Ausführungsform gemäß der Kennzeichnung A-A,

Fig. 3c: eine perspektivische Ansicht der in Fig. 3a gezeigten Ausführungsform,

15

Fig. 3d: eine schematische Darstellung einer Ausführungsform der Prozeßabdichtung des erfindungsgemäßen ATR-Reflexionselements,

20 Fig. 4a: eine Draufsicht auf eine zweite Ausführungsform des erfindungsgemäßen ATR-Reflexionselements,

Fig. 4b: eine Seitenansicht der in Fig. 4a gezeigte Ausführungsform gemäß der Kennzeichnung A-A,

25

Fig. 4c: einen Querschnitt gemäß der Kennzeichnung A-A in Fig. 4b,

Fig. 4d: perspektivische Ansichten der in Fig. 4a gezeigten Ausführungsform,

30 Fig. 5a: eine Draufsicht auf eine dritte Ausführungsform des erfindungsgemäßen ATR-Reflexionselements,

Fig. 5b: eine Seitenansicht der in Fig. 5a gezeigte Ausführungsform gemäß der Kennzeichnung A-A,

35

Fig. 5c: einen Querschnitt gemäß der Kennzeichnung A-A in Fig. 5b

Fig. 5d: eine perspektivische Ansicht der in Fig. 5a gezeigten Ausführungsform und

5

Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung der erfindungsgemäßen Vorrichtung 1. Die ATR-Sonde 2 besteht aus der Prozeßarmatur 25 und dem Reflexionselement 15. Bei der Prozeßarmatur 25 handelt es sich beispielsweise um eine Wechselarmatur, wie sie von der Anmelderin unter der Bezeichnung 'CLEANFIT' vertrieben wird. Ein interessanter Aspekt der Erfindung richtet sich - wie nachfolgend noch näher beschrieben wird - auf verschiedenen Geometrien des Reflexionselements 15. Unabhängig von der gewählten Geometrie wird das Reflexionselement 15 durch die Prozeßarmatur 25 mechanisch geschützt, kommt aber dennoch mit dem Meßmedium in unmittelbaren Kontakt.

Das Meßlicht und das Referenzlicht, welche bevorzugt von zwei Lichtquellen 5 stammen, werden über den Lichtwellenleiter 4 auf die ATR-Sonde 2 eingekoppelt. Bei dem Lichtwellenleiter 4 ebenso wie bei dem Lichtwellenleiter 3 handelt es sich bevorzugt um Lichtfaserbündel. Entsprechende Ausgestaltungen sind in den Figuren Fig. 2a (Seitenansicht) und Fig. 2b (Draufsicht) dargestellt. Jede anderweitige Einkopplung ist selbstverständlich gleichfalls möglich. Auch kann die Lichtquelle 5 unmittelbar vor dem Reflexionselement 15 positioniert werden, wodurch der Lichtwellenleiter 4 entfallen kann.

Im Bereich des Lichtausgangsabschnitts 12 des Lichtwellenleiters 3 befindet sich ein Querschnittswandler 22. Über den Querschnittswandler 22 werden die einzelnen Lichtfasern für das Meßlicht und das Referenzlicht auf eine Vielzahl übereinander angeordneter Fasern geführt. Die Intensität des über das Linear-Variable Filter 7 geführten Meß- bzw. Referenzlichts wird anschließend von dem Detektorelement 8 erfaßt.

Der Querschnittswandler 22 und das Detektorelement 8 sind auf einer Haltevorrichtung 26 befestigt, die an einer Führungsschiene 6 bewegbar angeordnet ist. Sukzessive wird die Haltevorrichtung 26 über den Antrieb 9 an

dem Linear Variablen Filter 7 vorbeigeführt. Linear-Variable Filter sind bekannt; verwiesen wird hier auf die US-PS 5,920,069.

Bei dem Antrieb 9 handelt es sich z.B. um einen Schrittmotor, der über eine in der Fig. 1 nicht gesondert dargestellte Spindel die Haltevorrichtung 26 bewegt. Das Detektorelement 8 mißt in jeder angefahrenen Position die Intensitätswerte von Meßlicht und Referenzlicht. Anhand dieser Werte erstellt die Regel-/Auswerteeinheit 10 das Spektrum des Meßmediums, das mit dem Reflexions-element 15 in Kontakt ist. Die spektrale Verteilung liefert Information darüber, welche Substanzen in dem Meßmedium in welcher Konzentration vorhanden sind. Die Auswertung erfolgt über die bekannten Algorithmen.

In den nachfolgenden Figuren sind unterschiedliche Varianten des erfindungsgemäßen Reflexionselements 15 der ATR-Sonde 2 dargestellt. Es versteht sich von selbst, daß dieses Reflexionselement 15 nicht nur in Verbindung mit der in Fig. 1 beschriebenen erfindungsgemäßen Vorrichtung 1 einsetzbar ist. Vielmehr kann das Reflexionselement 15 in der Prozeßsonde 2 an jeden beliebigen Spektrometer/Spektrograph, das/der über eine Lichtwellenleiter-ankopplung verfügt, angeschlossen werden.

Wie bereits gesagt, besteht das erfindungsgemäße Reflexionselement 15 aus einem im IR-Bereich in hohem Maße transparenten Material. Bevorzugt handelt es sich bei dem Material um ein Halbleitermaterial, z.B. um hochreines Silizium oder Germanium. Um die Resistenz des Halbleitermaterials gegen aggressive oder korrosive Meßmedien zu erhöhen, sind zumindest die mit dem Meßmedium in Kontakt kommenden Bereiche des Reflexionselements 15 mit einer Diamantschicht 21 versehen. Eine entsprechende Ausführungsform ist in Fig. 3d dargestellt. Fig. 3d zeigt das Reflexionselement 15 übrigens im Querschnitt.

Die erfindungsgemäßen Reflexionselemente 15 bzw. die ATR-Prismen werden bevorzugt als zylinderförmige Scheiben aus einem Halbleiter-Wafer herausgebohrt. Anschließend werden beidseitig an die zylinderförmige Scheibe Facetten 16, 17 geschliffen, so daß das Reflexionselement 15 auf der dem Meßmedium zugewandten Seite die Form eines Satteldaches

aufweist. Die entsprechende Ausgestaltung des Reflexionselements 15 ist z. B. in den Figuren Fig. 3a, Fig. 3b und Fig. 3c dargestellt.

5 In diesen Figuren ist darüber hinaus der Strahlengang 18 des Meßlichts dargestellt. Das von der Lichtquelle 5 kommende kollimierte Lichtbündel wird in den Bereich der Facette 16 des Reflexionselements 15 reflektiert. An der Grenzfläche zum optisch dünneren Meßmedium hin erfährt das Meßlicht bei Kontakt mit dem Meßmedium eine erste geschwächte Totalreflexion; eine
10 zweite geschwächte Totalreflexion erfolgt an der Facette 17. Die Totalreflexion an der vom Meßmedium abgewandten Ein-/Auskoppelfläche des Reflexionselements 15 erfolgt näherungsweise ungeschwächt. Dies ist eine Folge des Einfalls- bzw. Ausfallswinkels, der im gezeigten Fall näherungsweise 60° beträgt. Darüber hinaus kann die Ein-/Auskoppelfläche mit einer Anti-Reflexschicht 24 versehen sein.

15 Die Facetten 16, 17 sind derart geschliffen, daß der Einfalls- und der Ausfallswinkel für die Totalreflexion bei senkrechtem Einfall des Meßlichts auf die Ein-/ Auskoppelfläche ca. 30° beträgt. Weiterhin ist im gezeigten Fall der Durchmesser des Reflexionselement 15 so dimensioniert, daß das Meßlicht
20 innerhalb des Reflexionselements 15 lediglich drei Reflexionen erfährt. Durch den hiermit verbundenen kurzen Laufweg des Meßlichts innerhalb des Reflexionselements 15 werden die Absorptionsverluste im Material des Prismas sehr gering gehalten.

25 Es versteht sich von selbst, daß jede anderweitige Form des Facettenschliffs möglich ist, solange der Grenzwinkel für die Totalreflexion nicht unterschritten wird. Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Reflexionselements 15 schlagen vor, daß weitere geschwächte und ungeschwächte Totalreflexionen des Meßlichts bzw. des Referenzlichts an den Grenzflächen des Reflexions-
30 elements 15 auftreten können. Bei der konkreten Ausgestaltung des Reflexionselements 15 wird natürlich einerseits eine Optimierung in Richtung Lichtausbeute und andererseits eine Optimierung in Richtung Meßgenauigkeit (Anzahl der Reflexionen) anvisiert.

35 Der große Vorteil der verschiedenen Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Reflexionselements ist – wie auch die Figuren Fig. 3, Fig. 4 und Fig.

5 verdeutlichen - darin zu sehen, daß das einfallende und das ausfallende Meßlicht (bzw. das Referenzlicht) parallel zueinander verlaufen. Hierdurch wird der mechanische Aufbau der Kollimieroptik 29 vereinfacht.

- 5 Die in den Figuren Fig. 4 und Fig. 5 dargestellte Ausführungsform des Reflexionselements 15 unterscheidet sich von der in Fig. 3 dargestellten Ausgestaltung dadurch, daß das in Fig. 4 dargestellte ATR-Reflexionselement 15 eine höhere Anzahl Reflexionen bei einem internen Reflexionswinkel von 45° aufweist. Die Anzahl der Reflexionen kann über die Verlängerungsdistanz 10 30 des Prismas gesteigert werden.

- 15 Fig. 5 zeigt ein Reflexionselement 15 mit einem seitlichen Meßspalt 31. Diese Ausführungsform entspricht somit einer Transmissionsanordnung. Die zwei Bohrungen 27 in der Ein-/ Auskoppelfläche (Figuren 4 und 5) sind Teil einer nicht gesondert dargestellten Verdrehsicherung, die das Reflexionselement 15 nach Befestigung in der Prozeßsonde 2 in der korrekten Lage zur Kollimieroptik 29 fixiert. Zwecks Verdrehsicherung werden z. B. entsprechend 20 geformte Stifte in die Bohrungen 27 eingebracht. Es versteht sich von selbst, daß auch jede andere Art einer Verdrehsicherung eingesetzt werden kann, solange sie den Strahlengang 18, 28 von Meßlicht und Referenzlicht nicht stört.

- 25 In Fig. 3a, 3c, 4a und 5a ist stilisiert neben dem Strahlengang 18 des Meßlichts auch der Strahlengang 28 des Referenzlichts eingezeichnet. Während das Meßlicht in den Bereichen der Facetten 16, 17 jeweils eine geschwächte Totalreflexion erfährt, sind die entsprechenden Bereiche für das Referenzlicht so ausgestaltet, daß das Referenzlicht bei der Reflexion an den Facetten 16, 17 keine Schwächung erfährt. Hierzu sind die entsprechenden Bereiche beispielsweise mit einer metallische Beschichtung versehen, die für 30 IR-Strahlung undurchlässig ist.

Bezugszeichenliste

	1	erfindungsgemäße Vorrichtung
5	2	Prozeßsonde
	3	Erster Lichtwellenleiter
	4	Zweiter Lichtwellenleiter
	5	Lichtquelle
	6	Führungsschiene
10	7	Linear-Variables Filter
	8	Detektorelement
	9	Antrieb
	10	Regel-/Auswerteeinheit
	11	Lichteingangsabschnitt / Lichtwellenleiter
15	12	Lichtausgangsabschnitt / Lichtwellenleiter
	13	Erste Einkopplung / Lichtwellenleiter
	14	Zweite Einkopplung / Lichtwellenleiter
	15	Reflexionselement
	16	Facette
20	17	Facette
	18	Strahlengang des Meßlichts
	19	Einfallender Lichtstrahl
	20	Ausfallender Lichtstrahl
	21	Diamant-Beschichtung
25	22	Querschnittswandler
	23	Dichtungsring
	24	Anti-Reflexschicht
	25	Wechselarmatur
	26	Haltevorrichtung
30	27	Bohrung (für Paßstifte)
	28	Strahlengang des Referenzlichts
	29	Kollimieroptik
	30	Verlängerungsdistanz
	31	Meßspalt
35	32	Faserweiche

Patentansprüche

- 5 1. Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines festen, flüssigen oder gasförmigen Mediums mit einer Prozeßsonde (2), welche ein Reflexions-
element (15) aufweist, mit einem Linear-Variablen Filter (6), zumindest einem
Detektorelement (8) und einer Regel-/Auswerteeinheit (10),
wobei zumindest eine Lichtquelle (5) vorgesehen ist, deren Licht über eine
Kollimieroptik (29) in das Reflexionselement (15) eingekoppelt wird,
10 wobei zumindest ein Lichtwellenleiter (3) mit einem Lichteingangsabschnitt
(11) und einem Lichtausgangsabschnitt (12) vorgesehen ist,
wobei das Licht über den Lichtausgangsabschnitt (12) des Lichtwellenleiters
(3) in definierte Bereiche des Linear-Variablen Filters (6) geleitet wird,
wobei das Detektorelement (8) und das Linear-Variable Filter (7) über
15 näherungsweise die Länge des Linear-Variablen Filters (7) relativ zueinander
bewegbar angeordnet sind und
wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) anhand der von dem Detektorelement
(8) gelieferten Meßwerte das Spektrum des Mediums bestimmt.
- 20 2. Vorrichtung nach Anspruch 1,
wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) die Relativbewegung zwischen dem
Detektorelement (8) und dem Linear-Variablen Filter (7) schrittweise steuert.
- 25 3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,
wobei das Detektorelement (8) fest montiert ist und
wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) das Linear-Variable Filter (7) schritt-
weise an dem Detektorelement (8) vorbeibewegt.
- 30 4. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,
wobei das Linear-Variable Filter (7) fest montiert ist und
wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) schrittweise das Detektorelement (8)
an dem Linear-Variablen Filter (7) vorbeibewegt.
- 35 5. Vorrichtung nach Anspruch 4,
wobei eine gabelförmige Haltevorrichtung (26) vorgesehen ist, in der das
Detektorelement (8) und der Lichtausgangsabschnitt (12) montiert sind.

- 5 6. Vorrichtung nach Anspruch 3, 4 oder 5,
wobei die Haltevorrichtung (26) bzw. das Detektorelement (8) oder das Linear-
Variable Filter (7) auf einer Führungsschiene (6) angeordnet ist.
7. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 5,
wobei es sich bei dem Ausgangsabschnitt (12) um einen Querschnittswandler
(22) handelt.
- 10 8. Vorrichtung nach Anspruch 3, 4, 5 oder 6,
wobei ein Antrieb (9) vorgesehen ist, über den das Linear-Variable Filter (7)
oder das Detektorelement (8) bzw. die Haltevorrichtung (26) für das
Detektorelement (8) schrittweise oder kontinuierlich bewegt wird.
- 15 9. Vorrichtung nach Anspruch 1,
wobei der erste Lichtwellenleiter (3) eine Faserweiche (32) ist, über die das
Meßlicht und ein Referenzlicht zum Reflexionselement (15) geführt werden
und wobei der Meßstrahl und der Referenzstrahl zusammen auf das Linear-
Variable Filter (7) geleitet werden.
- 20 10. Vorrichtung nach Anspruch 1,
wobei es sich bei dem Detektorelement (8) um einen pyroelektrischen
Detektor, bevorzugt um einen Thermopile- oder einen MCT- Detektor handelt.
- 25 11. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 9,
wobei das Reflexionselement (15) aus einem hochreinen Halbleitermaterial
gefertigt ist.
- 30 12. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 9,
wobei das Reflexionselement (15) aus einem hochreinen Halbleitermaterial
oder anderem IR-transmitiven Material gefertigt ist, auf dem eine dünne
Diamantschicht (21) aufgebracht ist.
- 35 13. Vorrichtung nach Anspruch 11 oder 12,
wobei es sich bei dem Halbleitermaterial um Silizium oder um Germanium
handelt.

14. Vorrichtung nach Anspruch 1, 9, 11, 12 oder 13,
wobei das Reflexionselement (15) derart dimensioniert und ausgestaltet ist,
daß der Strahlengang (18) des Meßlichts bzw. Referenzlichts eine Vielzahl
5 Reflexionen in dem Reflexionselement (15) erfährt, wobei die Anzahl der
Reflexionen über die Länge des Reflexionselementes festlegbar ist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 14,
wobei das Meßlicht bzw. das Referenzlicht vorzugsweise im Wellenlängen-
bereich von 5 – 14 μm liegt.
10

16. Vorrichtung nach Anspruch 1,
wobei es sich bei der Prozeßsonde (2) um eine ATR-Sonde, eine
Reflexionssonde oder eine Transmissionssonde handelt.
15

Zusammenfassung

5

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines festen, flüssigen oder gasförmigen Mediums mit einer Prozeßsonde (2), welche ein Reflexionselement (15) aufweist, mit einem Linear-Variablen Filter (6), zumindest einem Detektorelement (8) und einer Regel-/Auswerteeinheit (10), wobei zumindest eine Lichtquelle (5) vorgesehen ist, deren Licht über eine Kollimieroptik (29) in das Reflexionselement (15) eingekoppelt wird, wobei zumindest ein Lichtwellenleiter (3) mit einem Lichteingangsabschnitt (11) und einem Lichtausgangsabschnitt (12) vorgesehen ist, wobei das Licht über den Lichtausgangsabschnitt (12) des Lichtwellenleiters (3) in einen definierten Bereich des Linear-Variablen Filters (7) geleitet wird, wobei das Detektorelement (8) und das Linear-Variable Filter (7) über näherungsweise die Länge des Linear-Variablen Filters (7) relativ zueinander bewegbar angeordnet sind und wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) anhand der von dem Detektorelement (8) gelieferten Meßwerte das Spektrum des Mediums bestimmt.

(Fig.1)

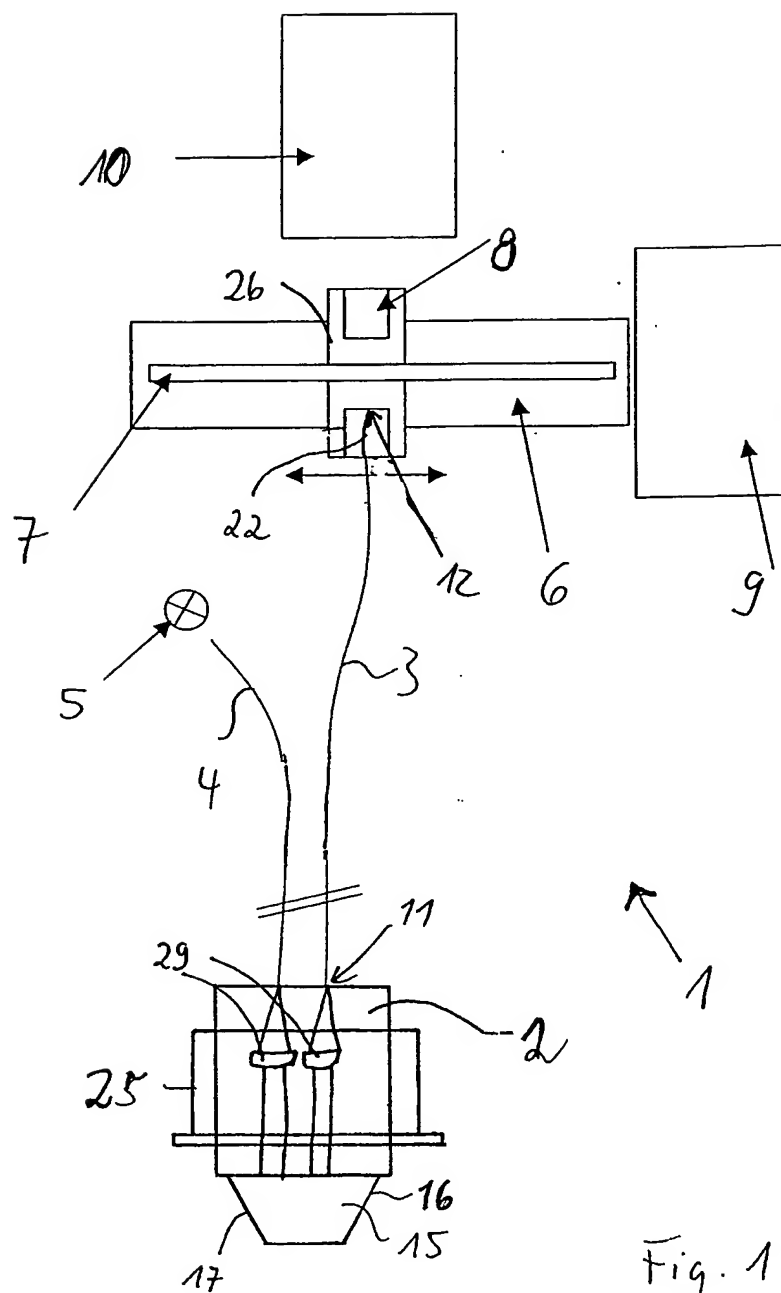


Fig. 1

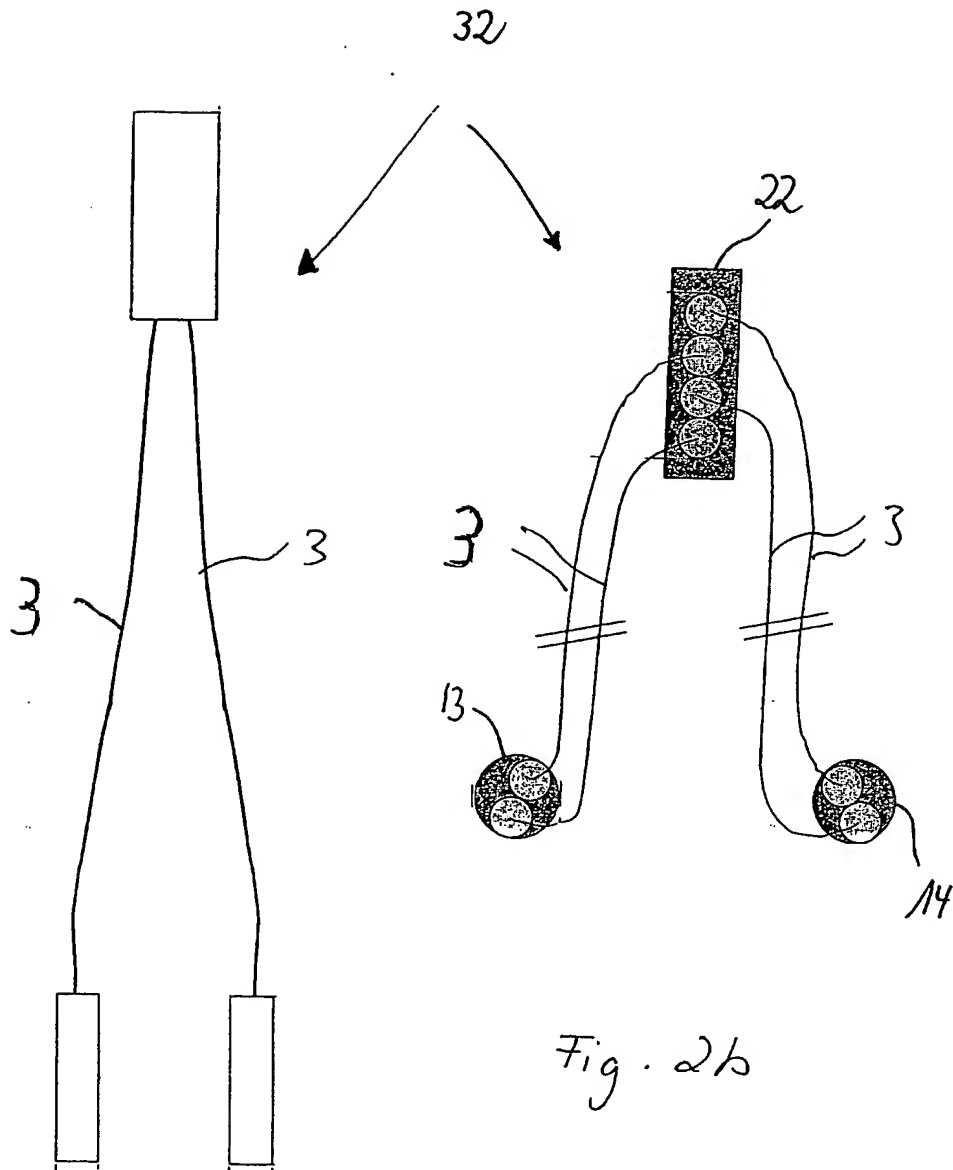


Fig. 2b

Fig. 2a

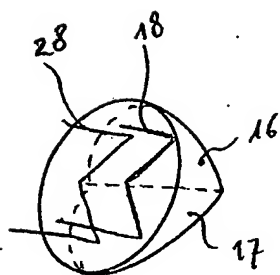
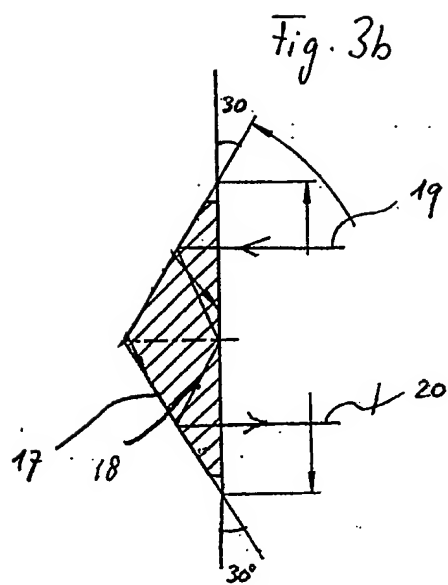
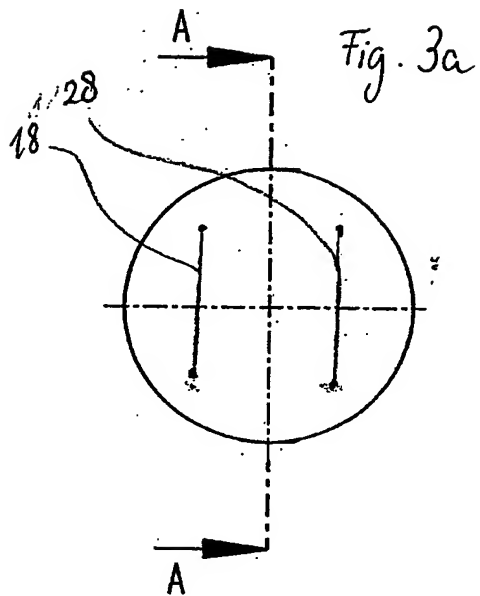


Fig. 3c

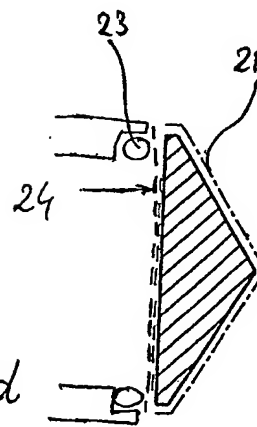


Fig. 3d

Fig. 4a

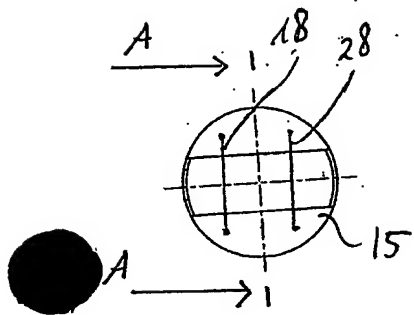


Fig. 4b

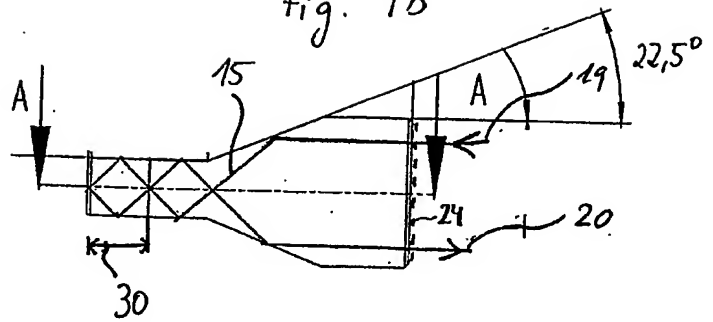


Fig. 4c

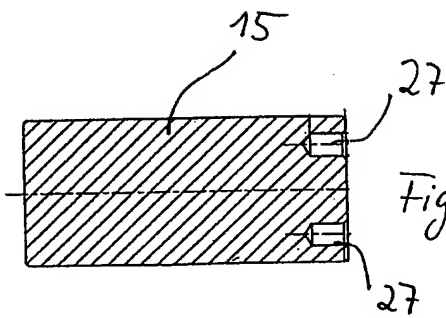
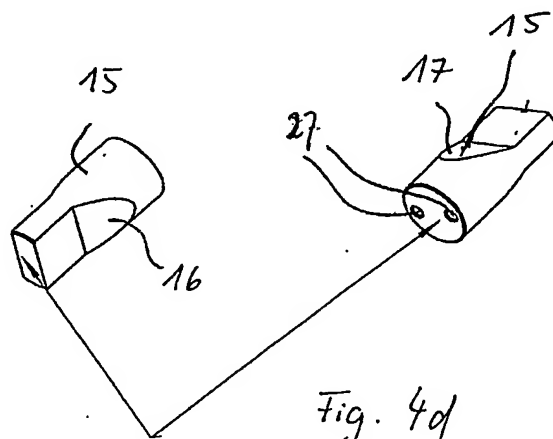
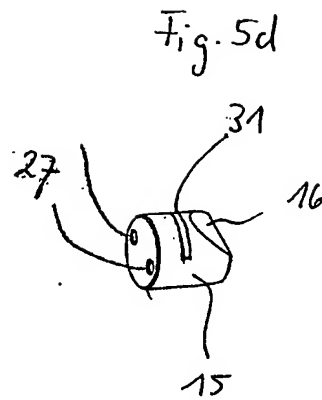
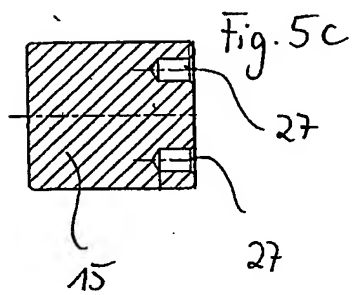
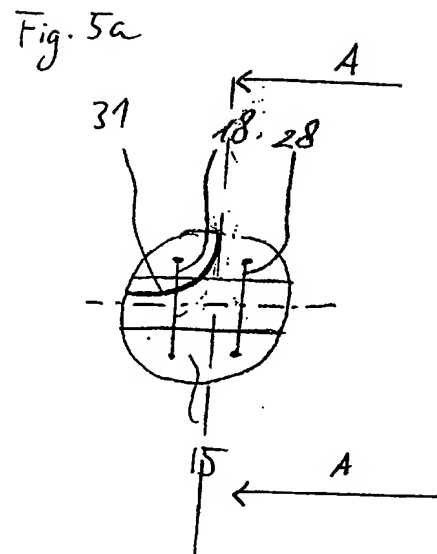
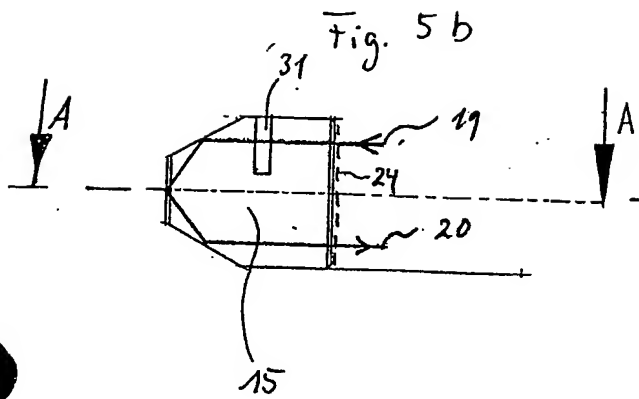


Fig. 4d





**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.